

DEUTSCHES REICH



AUSGEGEBEN AM  
18. MAI 1942

REICHSPATENTAMT  
**PATENTSCHRIFT**

№ 720881

KLASSE 12<sup>n</sup> GRUPPE 1

1 63720 IVb/12<sup>n</sup>



**Dr. Walther Sütterlin in Bitterfeld**



ist als Erfinder genannt worden.

**I. G. Farbenindustrie AG. in Frankfurt, Main**

Verfahren zur Abtrennung von Schwermetallen, wie Zink, Cadmium und Nickel,  
aus eisen- und sulfatreichen, metallurgischen Laugen

Patentiert im Deutschen Reich vom 5. Februar 1939 an

Patenterteilung bekanntgemacht am 16. April 1942

Gemäß § 2 Abs. 1 der Verordnung vom 20. Juli 1940 ist die Erklärung abgegeben worden,  
daß sich der Schutz auf das Protektorat Böhmen und Mähren erstrecken soll.

Bei der Laugung von Erzen fallen vielfach Lösungen an, die teils von früheren Arbeitsgängen, teils von Natur aus neben edleren Metallen, wie Zink, Cadmium, Nickel, erhebliche Mengen an Eisen und Sulfaten enthalten. Man hat bereits vorgeschlagen, aus den Lösungen zunächst die Hauptmenge des Natriumsulfats durch Ausfrieren und den Rest durch Chlorcalcium zu entfernen und hierauf das Zink mittels Schwefelwasserstoff auszufällen. Versetzt man jedoch in an sich bekannter Weise die sulfathaltigen Laugen mit einer der freien Säure und den edleren Metallen äquivalenten oder nahezu äquivalenten Menge an Kalk, Calciumcarbonat o. dgl. und behandelt erfindungsgemäß bei erhöhter Temperatur bis zur Erreichung eines pH-Grades von etwa 2 mit schwefelwasserstoffhaltigen Gasen, so fällt ein Gemisch an, das neben grobkristalligem Gips nur die Sulfide der edleren Metalle enthält, die man nach Suspension des Gemisches in Wasser mit Schaummitteln abtrennen kann. Man verwendet dabei, unter Verzicht auf die bei der Aufbereitung von sulfidhaltigen Mineralien sonst üblichen Sammler, wie z. B. Xanthogenate, lediglich Schaummittel, wie Terpentinöl, insbesondere gealtertes Terpentinöl, aliphatische Ketone o. dgl. Das Überschwimmen der Metallsulfide wird zweckmäßig durch Zuführung von Luft in fein verteilter Form unterstützt, wobei man in einem der bekannten, für Schaumschwimmverfahren üblichen Apparate arbeiten kann. Die anfallenden Konzen-

BEST AVAILABLE COPY

trate enthalten praktisch das gesamte Metall als Sulfid und sind nur mit geringen Mengen Gips verunreinigt.

Aus der deutschen Patentschrift 104 109 ist es bereits bekannt, Zink aus eisenhaltigen Laugen als Zinksulfid in Gegenwart von Kalk oder Calciumcarbonat mit reinem Schwefelwasserstoff in der Kälte zu fallen. Erfindungsgemäß muß dagegen mit verdünntem Schwefelwasserstoff bei erhöhter Temperatur gearbeitet werden, andernfalls gelingt es nämlich nicht, Gips und Zinksulfid o. dgl. mit Schaummitteln abzutrennen.

#### Beispiele

1. 100 l einer Lauge, die pro Liter neben 44 g Zink etwa 25 g Eisen und etwa 80 g Sulfat neben Alkalisalzen enthält, werden unter Umrühren mit einer der freien Säure und dem Zink äquivalenten Menge an kohlen-saurem Kalk, Kreide, Dolomit oder Kalkmilch versetzt, z. B. mit 6,7 kg kohlen-saurem Kalk. Das pH der Aufschlämmung soll nunmehr höchstens etwa 4,5 bis 5 betragen. Hierauf wird die Mischung bei etwa 40 bis 50° mit schwefelwasserstoffhaltigem Generatorgas behandelt, wobei man sie zweckmäßig über einen Turm dem Gas entgegenrieseln läßt. Die Fällung ist beendet, wenn die Wasserstoffionenkonzentration sich nicht mehr verändert, was bei Erreichung eines pH-Wertes von etwa 2,1 der Fall ist. Der Gips fällt dabei in grobkristalliner Form an und kann zusammen mit dem gefällten Zinksulfid von der Mutterlauge leicht durch Filtration abgetrennt werden. Das zu verwerfende Filtrat enthält praktisch alles Eisen, während der Zinksulfidgipsniederschlag neben dem Zink das gesamte Cadmium sowie die Hauptmenge der wertvollen Begleitmetalle als Sulfide enthält. Der Filterkuchen wird in Wasser aufgeschlämmt und einem Rührwerksbehälter mit Schwimmaufbereiter zugeführt. Zur Unterstützung der Schaumbildung werden auf 400 Teile Festsubstanz etwa 0,2 Teile Terpentinöl zugesetzt. Man läßt den Schaum in bekannter Weise überschwimmen und trennt

auf diese Weise in etwa 15 bis 20 Minuten 53 Teile eines Produktes ab, das neben Zinksulfid nur Feuchtigkeit und geringe Mengen an fremden Bestandteilen enthält. Die getrocknete Substanz enthält 86% Zinksulfid, die Gesamtausbeute beträgt 99%. Das erhaltene Produkt kann in an sich bekannter Weise aufgearbeitet, d. h. z. B. abgeröstet oder mittels Säure gelöst werden, wobei eine weitere Reinigung erzielt wird.

An Stelle von Terpentinöl können mit ähnlichem Erfolg andere Schaummittel verwendet werden. So erhält man z. B. bei Benutzung von Isobutyron in Zinksulfidkonzentrat mit 87,4% ZnS; die Gesamtausbeute beträgt dabei 93,3%.

2. 100 l einer Lauge, die 50 g/l Cadmium, etwa 25 g/l Eisen und etwa 80 g/l Sulfat neben Alkalisalzen enthält, werden unter den in Beispiel 1 angegebenen Bedingungen mit Calciumcarbonat und schwefelwasserstoffhaltigen Gasen behandelt. Nach der Schaumschwimmaufbereitung des anfallenden Cadmiumsulfid-Gips-Gemisches erhält man ein Konzentrat mit 96% CdS (berechnet auf trockne Substanz). Die Gesamtausbeute beträgt 79%; sie kann auf Kosten der Reinheit des Konzentrats erhöht werden, z. B. auf 96%.

#### PATENTANSPRUCH:

Verfahren zur Abtrennung von Schwermetallen, wie Zink, Cadmium und Nickel, aus eisen- und sulfatreichen, metallurgischen Laugen mittels Schwefelwasserstoff unter Zugabe von säurebindenden Mitteln, wie Kalk, Calciumcarbonat o. dgl., dadurch gekennzeichnet, daß man die Lösungen bei erhöhter Temperatur mit schwefelwasserstoffhaltigen Gasen, wie z. B. Generatorgas, bis zur Erreichung eines pH-Grades von etwa 2 behandelt, worauf man aus dem Schwermetallsulfidgipsniederschlag nach Suspension in Wasser die Schwermetallsulfide in an sich bekannter Weise mit Schaummitteln abtrennt.